

(3) 000-144193 (P2000-144193A)

る。

【0008】なお、ここでいう「ビット」とは、サブストレートにもともと存在するへこみであったり、研磨によりサブストレート表面に発生したへこみのことであり、また微細なビットとは、そのうち直径がおおよそ50 μ m未満のへこみのことである。

【0009】従って、磁性媒体を形成させる前工程、すなわち研磨加工、においてサブストレート表面の粗さを小さくすることが重要であると同時に、比較的大きなうねり、微小突起やビットおよびその他の表面欠陥を完全に除去する必要がある。

【0010】前記目的のために、従来は、一般に酸化アルミニウムまたはその他の各種研磨材および水に、各種の研磨促進剤を含む研磨用組成物（以下、その性状から「スラリー」という）を用いて1回の研磨で仕上げられていた。例えば、特公昭64-436号公報および特公平2-23589号公報には、水と水酸化アルミニウムに、研磨促進剤として硝酸アルミニウム、硝酸ニッケル、または硫酸ニッケルなどを添加し、混合してスラリーとしたメモリーハードディスクの研磨用組成物が開示されている。また、特公平4-38788号公報には、水とアルミナ研磨材微粉に、研磨促進剤としてグルコン酸または乳酸と、表面改質剤としてコロイダルアルミナと、からなる酸性的アルミニウム磁気ディスクの研磨用組成物が開示されている。

【0011】しかし、前述した研磨用組成物はいずれも、1段階の研磨ではサブストレート表面の比較的大きなうねりや表面欠陥を除去し、かつ一定時間内に表面粗さを非常に小さく仕上げ、さらに微小突起、微細なビット、およびその他の表面欠陥の発生を防止することのすべてを満足することは非常に困難であった。このため、2段階以上の研磨プロセスが検討されるようになってきた。

【0012】なお、求められる表面粗さの程度は、サブストレートの製造プロセス、メモリーハードディスクとしての最終的な記録容量およびその他の条件によって決定されるが、求められる表面粗さの程度如何によっては、2段階を超える研磨工程が採用されることもある。

【0013】2段階で研磨プロセスを行う場合、1段目の研磨は、サブストレート表面の比較的大きなうねり、大きなビット、およびその他などの表面欠陥を除去すること、すなわち整形、が主たる目的となる。このため、表面粗さを小さくすることより、むしろ2段目の仕上研磨で除去できないような深いスクラッチの発生が少なく、前記のうねりや表面欠陥に対して加工修正能力の大きい研磨用組成物が要求される。このため、研磨速度を大きくする目的で、組成物中の研磨材としては比較的大きな粒子径のものが用いられる。

【0014】また、2段目の研磨、すなわち仕上研磨は、サブストレートの表面粗さを非常に小さくすること

を目的とする。このため、1段目の研磨で要求されるような大きなうねりや表面欠陥に対して加工修正能力が大きいことよりも、表面粗さを小さくすることが可能であり、微小突起、微細なビット、およびその他の表面欠陥の発生を防止できることが要求される。

【0015】従来、1段目および2段目の研磨にかかわらず、サブストレートの表面粗さを小さくする手段としては、組成物中の研磨材として比較的小さな粒子径のものをを用いたり、界面活性剤を含む研磨用組成物を使用したりしていた。例えば、特開平5-32959号公報には、水、アルミナ研磨材、およびフッ素系界面活性剤からなることを特徴とする研磨用組成物が、また特開平5-59351号公報には、水、アルミナ研磨材、研磨促進剤としての水溶性金属塩、およびフッ素系界面活性剤を含有することを特徴とする金属材料の研磨用組成物が、あるいは特開平5-112775号公報には、水、アルミナ研磨材、フッ素系界面活性剤、およびアミノ酸を含有することを特徴とする金属材料の研磨用組成物が開示されている。

【0016】しかし、本発明者らの知る限り、粒子径が比較的小さい、特に平均粒子径が2 μ m以下のアルミナ研磨材、水、水溶性金属塩、またはアミノ酸、およびフッ素系界面活性剤を含む研磨用組成物を用いる場合、研磨速度が著しく小さく、実際の生産には不十分であり、かつ組成物の研磨加工能力が小さいために微細なビットおよびスクラッチなどが発生しやすいという問題があった。さらに、この組成物は著しく発泡しやすいため、取り扱いが困難であったり、排水処理において問題となることがあった。また、この組成物に消泡剤を添加することにより発泡を抑えた場合、研磨速度がさらに小さくなったり、表面欠陥が発生しやすくなることがあった。

【0017】一方、研磨により発生した微小突起の除去のために、サブストレートの洗浄工程においては、研磨後のサブストレートのリンス処理が行われている。このリンス処理は、研磨後のサブストレート表面に残った切り粉や研磨材粒子を洗浄することを主な目的とするものである。

【0018】サブストレートの研磨およびテクスチャー加工後、使用済みスラリー（以下「廃液」という）がサブストレート表面に付着したまま乾燥してしまうと、後の洗浄工程でスラリーが完全に除去されず、却って微細なビットや微小突起の発生原因となることがあった。また、研磨およびテクスチャー加工後のスラリーにより、汚れたままのサブストレートを直接洗浄設備に入れると、洗浄設備に負担がかかってしまう。さらに、サブストレート表面に残った廃液が、作業員の身体や衣服に付着したり、作業現場を汚染したりするなどの作業環境汚染が起こる。これらの問題を防ぐことも、研磨およびテクスチャー加工後のサブストレートをリンス処理することの目的である。

Best Available Copy

(4) 000-144193 (P2000-144193A)

【0019】前記の目的のために、従来は研磨およびテクスチャー加工後、スラリーを純水や、アルキルベンゼンスルホン酸塩などの界面活性剤を含有したリンス用組成物に切り替え、その研磨またはテクスチャー加工装置において、ごく短時間、低荷重でサブストレーートをリンス処理することが行われてきた。しかし、これらの純水やリンス用組成物を使用したリンス処理では、かえって微小突起が発生したり、安定した微小突起の発生防止ができなかったり、使用した界面活性剤がさらなる洗浄工程で完全に除去されずにサブストレーート上に残ってしまったり、さらには微小突起以外の表面欠陥（例えばスクラッチまたはビットなど）が発生するなどの問題が起こることがあった。また、前記のアルキルベンゼンスルホン酸塩などの界面活性剤を含有したリンス用組成物は、著しく発泡しやすいため、前述の組成物同様、取り扱いが困難であったり、排水処理において問題が起きることもあった。このため、発泡しないか、発泡しても短時間で泡が消える、消泡性が高いリンス用組成物が求められていた。

【0020】

【発明が解決しようとする課題】本発明は、前記の問題点を解決するためのものであり、メモリーハードディスクに使用されるサブストレーートの仕上研磨の前処理および（または）後処理において、従来のリンス用組成物に比べて消泡性が高く、サブストレーート表面の付着物や切り粉などを十分に除去することができるリンス用組成物を提供することを目的とするものである。

【0021】

【課題を解決するための手段】【発明の概要】

<要旨>本発明のメモリーハードディスクのリンス用組成物は、下記の（a）～（c）の成分を含んでなることを特徴とするものである。

（a）水、（b）ポリスチレンスルホン酸およびその塩類からなる群から選択される少なくとも1種類の化合物、および（c）成分（b）以外の、無機酸、有機酸、およびそれらの塩類からなる群から選択される化合物。

【0022】<効果>本発明のリンス用組成物は、メモリーハードディスクに使用されるサブストレーートのリンス処理において、従来のリンス用組成物に比べて、消泡性が高く、サブストレーート表面の付着物や切り粉などを十分に除去することができるものである。

【0023】【発明の具体的説明】

<ポリスチレンスルホン酸およびその塩類>本発明のリンス用組成物は、成分（b）として、ポリスチレンスルホン酸およびその塩類からなる群から選択される、少なくとも1種類の化合物（以下、「ポリスチレンスルホン酸化合物」という）を含んでなる。本発明において、ポリスチレンスルホン酸とは、ポリスチレンのベンゼン環の任意の水素がスルホン酸基で置換されたもののほかに、本発明の効果を損なわない範囲で、任意の置換基を

有するもの、ならびに基本骨格に本発明の効果を損なわない範囲で任意の繰り返し単位を含んでもよい。

【0024】また、ポリスチレンスルホン酸化合物としては、ポリスチレンスルホン酸と、ナトリウム、カリウム、およびその他のアルカリ土類金属、ならびにモノエタノールアミン、ジエタノールアミン、トリエタノールアミン、モルホリン、アンモニア、およびその他のアミン化合物、との塩であることが好ましい。

【0025】このようなポリスチレンスルホン酸化合物の分子量は特に限定されないが、その重量平均分子量は、好ましくは2,000～1,000,000、さらに好ましくは10,000～50,000、最も好ましくは10,000～30,000、である。ここで、ポリスチレンスルホン酸化合物の分子量を調整することで、研磨速度と表面欠陥の抑制とのバランスを調整することが可能である。

【0026】このようなポリスチレンスルホン酸化合物は、本発明のリンス用組成物に、組成物の全重量を基準として、好ましくは0.001～2重量%、より好ましくは0.005～1重量%、さらに好ましくは0.01～0.7重量%、の割合で含有される。このポリスチレンスルホン酸化合物の含有量を増加させることで、サブストレーート表面の付着物や切り粉などを除去する能力が向上するが、過度に多いと、起泡性が高くなったり、付着物や切り粉の除去能力が低下することがあるので注意が必要である。逆に、ポリスチレンスルホン酸化合物の含有量が過度に少ないと本発明の効果が発現しにくい。

【0027】前記したポリスチレンスルホン酸化合物は、組成物中に溶解しているべきである。また、これらのポリスチレンスルホン酸化合物は、本発明の効果を損なわない範囲で、任意の割合で複数併用することもできる。

【0028】<無機酸、有機酸、およびそれらの塩類>本発明のリンス用組成物は、成分（c）として、前記した成分（b）以外の、無機酸、有機酸、およびそれらの塩類からなる群から選択される、少なくとも1種類の化合物（以下、「酸化合物」という）を含んでなる。このような酸化合物としては、硝酸、亜硝酸、硫酸、塩酸、モリブデン酸、スルファミン酸、グリシン、グリセリン酸、マンデル酸、マロン酸、アスコルビン酸、グルタミン酸、グリオキシル酸、リンゴ酸、グリコール酸、乳酸、グルコン酸、コハク酸、酒石酸、およびクエン酸、ならびにそれらの塩または誘導体からなる群から選択されるものが好ましい。具体的には、硝酸アルミニウム、硝酸ニッケル、硝酸リチウム、硝酸ナトリウム、硝酸カリウム、硝酸鉄(III)、亜硝酸ナトリウム、亜硝酸カリウム、硫酸アルミニウム、硫酸ニッケル、硫酸リチウム、硫酸ナトリウム、硫酸鉄(III)、硫酸アンモニウム、塩化アルミニウム、塩化鉄(III)、塩化アンモニウム、モリブデン酸ナトリウム、モリブデン酸アンモニウム

Best Available Copy

(5) 000-144193 (P2000-144193A)

ム、スルファミン酸ニッケル、およびスルファミン酸アンモニウムが挙げられる。

【0029】これらの酸化合物は、組成物中に溶存しているべきである。また、これらの酸化合物は、本発明の効果を損なわない範囲で、任意の割合で併用することもできる。

【0030】本発明のリンス用組成物中の酸化合物の含有量は、用いる酸化合物の種類により異なるが、リンス用組成物の全重量に対して、好ましくは0.01~30重量%、より好ましくは0.1~25重量%、最も好ましくは0.5~20重量%である。酸化合物の添加量を増量することで、研磨速度が大きくなる傾向があるが、過度に多く添加するとリンス用組成物のケミカルな作用が強くなり、微小突起、微細なビット、およびその他の表面欠陥が発生することがある。逆に過度に少ないと、本発明の効果が発現しにくくなることもある。

【0031】＜リンス用組成物＞本発明のリンス用組成物は、一般に上記の各成分、すなわちポリスチレンスルホン酸化合物（成分（b））および酸化合物（成分（c））を水（成分（a））に溶解させることにより調製する。これらの成分を水中に溶解させる方法は任意であり、例えば、翼式攪拌機で攪拌したり、超音波分散により溶解させる。また、これらの混合順序は任意であり、ポリスチレンスルホン酸化合物または酸化合物の溶解のいずれを先に行ってもよく、また同時に行ってもよい。

【0032】また、上記のリンス用組成物の調製に際しては、製品の品質保持や安定化を図る目的や、被加工物の種類、加工条件およびその他の研磨加工上の必要に応じて、各種の公知の添加剤をさらに加えてもよい。

【0033】すなわち、さらなる添加剤の好適な例としては、下記のもの挙げられる。

（イ）セルロース類、例えばセルロース、カルボキシメチルセルロース、およびヒドロキシエチルセルロース、およびその他、（ロ）水溶性アルコール類、例えばエタノール、プロパノール、およびエチレングリコール、およびその他、（ハ）有機ポリアニオン系物質、例えばリグニンスルホン酸塩、およびポリアクリル酸塩、およびその他、（ニ）水溶性高分子（乳化剤）類、例えばポリビニルアルコール、およびその他、（ホ）キレート剤、例えばジメチルグリオキシム、ジチゾン、オキシシ、アセチルアセトン、グリシン、EDTA、NTA、および

表1

	酸化合物	添加量 重量%	界面活性剤	添加量 重量%
実施例1	硝酸アルミニウム	0.5	PSS-Na ⁺	0.1
実施例2	硝酸アルミニウム	0.5	PSS-K ⁺	0.1
実施例3	硝酸アルミニウム	0.5	PSS-TEA ⁺	0.1
実施例4	リンゴ酸	0.5	PSS-TEA	0.1
比較例1	硝酸アルミニウム	0.5	—	—

その他、ならびに（ヘ）殺菌剤、例えばアルギン酸ナトリウム、炭酸水素カリウム、およびその他。

【0034】本発明のリンス用組成物は、比較的高濃度の原液として調製して貯蔵または輸送などをし、実際の研磨加工時に希釈して使用することもできる。前述の好ましい濃度範囲は、実際の研磨加工時のものとして記載したものであり、使用時に希釈する使用方法をとる場合、貯蔵または輸送などをされる状態においてはより高濃度の溶液となることは言うまでもない。また、取り扱い性の観点から、そのような濃縮された形態で製造されることが好ましい。

【0035】なお、本発明のリンス用組成物は、研磨処理の後に付着物や切り粉を除去することを主たる目的として用いられるものである。しかし、このリンス用組成物を研磨処理の前に用いることにより、サブストレート表面がケミカルな作用を受け、研磨速度の増大や研磨後の表面粗さを低減させる効果が得られる。従って、本発明のリンス用組成物の使用は研磨処理の後に限定されず、研磨処理の前に用いることもできる。

【0036】また、本発明のリンス用組成物は、任意の研磨用組成物により処理された、または処理されるサブストレートに用いることができるが、好ましくは、本発明のリンス用組成物の成分（a）~（c）と研磨材とを含んでなる研磨用組成物と組み合わせ用いることが好ましい。このような組み合わせで用いることにより、研磨処理後のサブストレートに適用することで、より効果的に切り粉や付着物を除去することができる。

【0037】以下は、本発明のリンス用組成物を例を用いて具体的に説明するものである。なお、本発明は、その要旨を超えない限り、以下に説明する諸例の構成に限定されるものではない。

【0038】

【発明の実施の形態】＜リンス用組成物の調製＞まず、酸化合物を攪拌機を用いてそれぞれ水に分散、溶解させて、酸化合物0.5重量%の水溶液を調製した。次いで、ポリスチレンスルホン酸塩、アルキルベンゼンスルホン酸ナトリウム、またはドデシルベンゼンスルホン酸トリエタノールアミンから選ばれる界面活性剤をそれぞれ0.1重量%添加して、表1に示すリンス用組成物、実施例1~4および比較例1~3を調製した。

【0039】

Best Available Copy

(6) 000-144193 (P2000-144193A)

比較例2 硝酸アルミニウム 0.5 ABS-Na^{*4} 0.1比較例3 硝酸アルミニウム 0.5 DBS-TEA^{*5} 0.1^{*1} PSS-Na: ポリスチレンスルホン酸ナトリウム^{*2} PSS-K: ポリスチレンスルホン酸カリウム^{*3} PSS-TEA: ポリスチレンスルホン酸トリエタノールアミン^{*4} ABS-Na: アルキルベンゼンスルホン酸ナトリウム^{*5} DBS-TEA: ドデシルベンゼンスルホン酸トリエタノールアミン

【0040】<リンス試験>まず、下記の研磨条件により、研磨試験を行うためのサブストレートを作成した。

研磨条件

被加工物 3.5インチ 無電解Ni-Pサブストレート
 加工枚数 10枚
 研磨機 両面研磨機(定盤径640mm)
 研磨パッド Politex DG(Rodel社(米国)製)
 加工圧力 80g/cm²
 定盤回転数 60rpm
 研磨用組成物 DISK-LITE-3471
 (株)フジインコーポレーテッド製)
 組成物希釈率 1:2純水
 研磨用組成物供給量 100cc/分
 研磨時間 5分

【0041】研磨処理終了後、直ちに以下のリンス条件でリンス処理を行った。

リンス条件

被加工物 3.5インチ 無電解Ni-Pサブストレート
 (研磨済)
 加工枚数 10枚
 研磨機 両面研磨機(定盤径640mm)
 研磨パッド Politex DG(Rodel社(米国)製)
 加工圧力 40g/cm²
 定盤回転数 30rpm
 リンス用組成物供給量 300cc/分
 リンス時間 300秒

【0042】リンス処理終了後、サブストレートを順次洗浄、乾燥した後、微分干渉顕微鏡(50倍)を用いて、サブストレート表面を観察し、微小突起または微細なビットの有無を測定した。その評価基準は下記の通りである。

○: 微小突起または微細なビットはほとんど目視確認されない。

×: 微小突起または微細なビットはかなり目視確認され、問題となるレベルである。

得られた結果は、表2に示すとおりであった。

【0043】また、上記のリンス用組成物について、ホモミキサを使用して600rpmで攪拌し、30秒経過後の消泡性能について目視で評価した。その評価基準は以下の通りである。

○: 泡がほとんど残っていない。

×: 泡がかなり確認され、使用上問題となるレベルである。

得られた結果は表2に示すとおりである。

【0044】

表2

	微細なビット	消泡性
実施例1	○	○
実施例2	○	○
実施例3	○	○
実施例4	○	○
比較例1	×	○
比較例2	×	×
比較例3	×	×

【0045】表2に示した結果より、本発明のリンス用組成物は、従来のリンス用組成物に比べて微細なビットの発生および消泡性について優れた結果を示すことができる。

【0046】

【発明の効果】本発明のリンス用組成物は、メモリーハードディスクに使用されるサブストレートのリンス処理において、従来のリンス用組成物に比べて、消泡性が高く、微細なビット、微小突起、およびその他の表面欠陥の発生を防止することができるものであることは、発

Best Available Copy

(7) 000-144193 (P2000-144193A)

明の概要)の項に前記したとおりである。

フロントページの続き

(51)Int. Cl.⁷

識別記号

F I

(参考)

C 1 1 D 7/60

C 1 1 D 7/60

(72)発明者 大脇 寿樹

愛知県西春日井郡西枇杷島町地領二丁目1
番地の1株式会社フジミインコーポレーテ
ッド内

(72)発明者 徳植 孝

神奈川県横須賀市浦郷町五丁目2931番地
東邦化学工業株式会社内

(72)発明者 谷 克己

愛知県西春日井郡西枇杷島町地領二丁目1
番地の1株式会社フジミインコーポレーテ
ッド内

(72)発明者 藤岡 則夫

神奈川県横須賀市浦郷町五丁目2931番地
東邦化学工業株式会社内

(72)発明者 横道 典孝

愛知県西春日井郡西枇杷島町地領二丁目1
番地の1株式会社フジミインコーポレーテ
ッド内

(72)発明者 佐山 哲也

神奈川県横須賀市浦郷町五丁目2931番地
東邦化学工業株式会社内

Fターム(参考) 4H003 DA09 EA02 EA03 EA07 EA12

EA14 EA16 EA19 EB04 EB07

EB08 EB16 EB22 EB33 EB42

ED02 FA23

Best Available Copy